

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
**Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of

Pascal MICHAUD

Serial No.: To Be Assigned

Filed: March 4, 1998

For: COMPOSITIONS FOR DRYING SOLID SURFACES

Art Unit: To Be Assigned

Examiner: To Be Assigned

jc542 U.S. PTO  
09/034415  
03/04/98CLAIM TO CONVENTION PRIORITYAssistant Commissioner of Patents  
Washington, DC 20231

Sir:

In the matter of the above-identified application and under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55 applicant claims the benefit of the following prior application:

Application filed in: France  
In the name of: Elf Atochem S.A.  
Serial No.: 97.02550  
Filing Date: March 4, 1997

[x] Pursuant to the Claim to Priority, applicant submits a duly certified copy of said foreign application.

[ ] A duly certified copy of said foreign application is in the file of application Serial No. \_\_\_\_\_, filed \_\_\_\_\_.

Respectfully submitted,

Date: March 4, 1998By: Frederick F. Calvetti  
Registration No. 28,557

BELL, BOYD & LLOYD  
P.O. Box 65331  
Washington, D.C. 20035-5331  
Tel: (202) 466-6300  
Fax: (202) 463-0678

#5  
D. Gassaway  
10-6-98





# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 04 FEV. 1998

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS Cédex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04  
Télécopie : 01 42 93 59 30



**REQUÊTE EN DÉLIVRANCE**

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Réservé à l'INPI DATE DE REMISE DES PIÈCES <b>04.MAR1997</b> N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL <b>97 02550 -</b> DÉPARTEMENT DE DÉPÔT <b>K</b> DATE DE DÉPÔT <b>4-3-97</b>		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE Monsieur Jean LEBOULENGER ELF ATOCHEM S.A. Département Propriété Industrielle 4/8 Cours Michelet 92091 PARIS LA DEFENSE CEDEX FRANCE n° du pouvoir permanent    références du correspondant    téléphone 03663    JL/NB - AM 1163 01 49 00 80 86					
<b>2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle</b> <input checked="" type="checkbox"/> brevet d'invention <input type="checkbox"/> demande divisionnaire <input type="checkbox"/> certificat d'utilité <input type="checkbox"/> transformation d'une demande de brevet européen <div style="text-align: center;"> <input type="checkbox"/> demande initiale  </div> <input type="checkbox"/> brevet d'invention <input type="checkbox"/> certificat d'utilité n°    date		<b>Établissement du rapport de recherche</b> <input type="checkbox"/> différé <input checked="" type="checkbox"/> immédiat Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance <input type="checkbox"/> oui <input checked="" type="checkbox"/> non Titre de l'invention (200 caractères maximum) <b>COMPOSITIONS POUR LE SECHAGE DE SURFACES SOLIDES</b>					
<b>3 DEMANDEUR (S)</b> n° SIREN    3 1 9 6 3 2 7 9 0    code APE-NAF Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination <b>ELF ATOCHEM S.A.</b>  Nationalité (s) <b>FRANCAISE</b> Adresse (s) complète (s) <b>4/8 Cours Michelet</b> <b>La Défense 10</b> <b>92800 PUTEAUX</b>		Forme juridique  Pays  <b>FRANCE</b>					
En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre <input type="checkbox"/>							
<b>4 INVENTEUR (S)</b> Les inventeurs sont les demandeurs <input type="checkbox"/> oui <input checked="" type="checkbox"/> non    Si la réponse est non, fournir une désignation séparée							
<b>5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b> <input type="checkbox"/> requise pour la 1ère fois <input type="checkbox"/> requise antérieurement au dépôt : joindre copie de la décision d'admission							
<b>6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE</b> <table style="width:100%;"> <tr> <td style="width:30%;">pays d'origine</td> <td style="width:30%;">numéro</td> <td style="width:20%;">date de dépôt</td> <td style="width:20%;">nature de la demande</td> </tr> </table>				pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande
pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande				
<b>7 DIVISIONS</b> antérieures à la présente demande    n°    date    n°    date							
<b>8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (nom et qualité du signataire - n° d'inscription)  <b>Jean LEBOULENGER</b>		SIGNATURE DU PREPOSE A LA RECEPTION    SIGNATURE APRES ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE A L'INPI 					

**DIVISION ADMINISTRATIVE DES BREVETS**

26bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 Paris Cédex 08

Tél. : (1) 42 94 52 52 - Télécopie : (1) 42 93 59 30

AM 1163

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

9702550

**TITRE DE L'INVENTION : COMPOSITIONS POUR LE SECHAGE DE SURFACES SOLIDES**

**LE (S) SOUSSIGNÉ (S)**

ELF ATOCHEM S.A.  
4/8 Cours Michelet  
La Défense 10  
92800 PUTEAUX

**DÉSIGNE (NT) EN TANT QU'INVENTEUR (S)** (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

Pascal MICHAUD  
35 Boulevard Pasteur  
95210 SAINT-GRATIEN

**NOTA** : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

4 Mars 1997

  
Jean LEBOULENGER



## DESCRIPTION

L'invention concerne le domaine du séchage et a plus particulièrement pour objet des compositions pour éliminer l'eau mouillant superficiellement des surfaces solides, notamment les matériaux électroniques (circuits imprimés ou intégrés), les pièces mécaniques de précision, les substrats en verre et le matériel militaire, aérospatial, aéronautique ou médical.

Le procédé usuel de démouillage des surfaces solides consiste à immerger le substrat humide dans une solution organique d'un agent tensioactif ionique ou non ionique. Jusqu'à ces derniers temps, le solvant organique couramment utilisé était le 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroéthane (CFC 113), mais son emploi a été interdit en raison de son action néfaste sur la couche d'ozone stratosphérique.

Le 1-chloro-1,1-difluoroéthane (HCFC 141b), proposé comme substitut du CFC 113 dans les compositions de démouillage, voit son emploi déjà réglementé et ne pourra plus être utilisé à bref échéance.

Pour remplacer le CFC 113 et le HCFC 141b, on a envisagé d'utiliser des hydrocarbures fluorés qui, comme le 1,1,1,3,3-pentafluorobutane (365 mfc), le 1,1,1,2,2,4,4-heptafluorobutane (347 mcf), le (perfluorobutyl)-éthylène ( $C_4F_9CH=CH_2$ ), le 1H-perfluorohexane, le n-perfluorohexane (PF 5060) ou le 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-décafluoropentane (43-10 mee), et la perfluoro(méthylmorpholine) (PF 5052), sont sans action sur la couche d'ozone stratosphérique (ODP nul), ne présentent pas de point d'éclair et, comme le montre le tableau suivant, possèdent des caractéristiques physiques proches de celles du CFC 113 et du HCFC 141b.

Solvant	Point d'ébullition (°C)	Tension superficielle à 25°C (mN/m)	Densité à 20°C
CFC 113	47,6	17,7	1,57
HCFC 141b	32	19,5	1,23
365 mfc	40	16,2	1,27
347 mcf	33,3	14,2	1,42
$C_4F_9CH=CH_2$	59	13,6	1,46
$C_6F_{13}H$	71	13	1,70
PF 5060	56	12	1,68
PF 5052	50	13	1,70
43-10 mee	54	14,1	1,58

Cependant, le remplacement du CFC 113 ou du HCFC 141b par un hydrocarbure fluoré tel que ceux précédemment cités n'est pas satisfaisant car les agents tensioactifs ioniques, les plus souvent utilisés dans les compositions de démouillage, y sont insolubles. Les agents tensioactifs non ioniques sont solubles dans ces hydrocarbures fluorés, mais leur efficacité en démouillage est souvent insuffisante.

Pour résoudre ce problème dans le cas du 365 mfc, il a été proposé dans la publication de brevet JP 05-168805 d'ajouter un co-solvant choisi parmi les alcools, les cétones, les alcanes et les éthers. Cependant, quand le co-solvant est un alcool léger ou une cétone, il est rapidement éliminé avec l'eau, provoquant la précipitation rapide de l'agent tensioactif. Quant aux alcanes et aux éthers, ils présentent un point d'éclair, ce qui pose un problème de sécurité des installations de démouillage.

Il a maintenant été trouvé que l'emploi du tridécafluorooctanol ( $C_6F_{13}CH_2CH_2OH$ ) et plus généralement d'un alcool polyfluoré non miscible à l'eau permet de solubiliser la plupart des agents tensioactifs de démouillage dans les hydrocarbures fluorés sans effet nocif sur la couche d'ozone.

La présente invention a donc pour objet, comme composition utile pour le démouillage de surfaces solides, une solution d'au moins un agent tensioactif dans un mélange d'au moins un solvant fluoré et d'au moins un alcool polyfluoré de formule générale:



dans laquelle n est égal à 1 ou 2 et  $R_f$  représente un radical perfluoroalkyle linéaire contenant de 2 à 8 atomes de carbone. Une telle composition ne présente pas de point d'éclair dans les conditions standard de détermination (norme ASTM D 3828).

Conformément à la présente invention, le solvant fluoré, liquide à température ambiante, ne doit pas contenir d'autres atomes d'halogène que le fluor, mais il peut contenir des hétéroatomes tels que l'oxygène ou l'azote. On utilise avantageusement un solvant fluoré dont le point d'ébullition normal est compris entre 20 et 100°C, de préférence entre 30 et 75°C. Conviennent particulièrement bien les hydrocarbures fluorés, saturés ou insaturés, contenant de 3 à 6 atomes de carbone comme, par exemple, les composés 365 mfc, 347 mcf,  $C_4F_9CH=CH_2$ , PF 5060 et 43-10 mee précédemment cités, ainsi que le 1H-perfluorohexane ( $C_6F_{13}H$ ) et le 1,1,1,2,2,3,3,4,4-nonafluorohexane.

Les alcools polyfluorés de formule (I) sont des produits connus. Parmi ceux-ci on préfère utiliser ceux dans lesquels n est égal à 2 et le radical  $R_f$  contient 4 à

8 atomes de carbone. Un alcool polyfluoré plus particulièrement préféré est le tridécafluorooctanol ( $C_6F_{13}CH_2CH_2OH$ , ci-après TDFO).

La quantité d'alcool polyfluoré, nécessaire pour solubiliser complètement l'agent tensioactif dans la composition de démouillage selon l'invention, peut varier dans de larges limites selon la nature du solvant fluoré et de l'agent tensioactif mis en œuvre et en fonction de la concentration en agent tensioactif désirée. Pour une concentration usuelle d'agent tensioactif (0,01 à 0,5 % en poids), une teneur en alcool polyfluoré allant jusqu'à 30 % en poids est généralement suffisante pour obtenir la solubilisation complète de l'agent tensioactif; dans certains cas, une proportion très faible d'alcool polyfluoré (0,1 %) s'avère même suffisante. Par conséquent, dans la composition de démouillage selon l'invention, la teneur en alcool polyfluoré peut aller de 0,1 à 30 % en poids, mais elle est avantageusement comprise entre 0,5 et 5 %.

Dans la composition selon l'invention, l'agent tensioactif peut être n'importe quel agent tensioactif habituellement utilisé dans les compositions de démouillage. Ainsi, peuvent être utilisés des agents tensioactifs non ioniques comme les esters gras (par exemple, le caprylate de caprylamine et le caproate de caprylamine, de dodécylamine ou de stéarylamine), des agents tensioactifs non ioniques fluorés tels que, par exemple, les adduits d'oxyde d'éthylène sur un alcool polyfluoré de formule (I), les esters d'acides polyfluorocarboxyliques, les polyfluoroalkyl-aminoalcools, les sulfures ou polysulfures de polyfluoroalkyle, les polyfluoroalcane-carbonamides ou sulfonamides. On peut aussi utiliser des agents tensioactifs anioniques (par exemple, un acide polyfluorosulfonique), mais on préfère utiliser des agents tensioactifs cationiques et plus particulièrement ceux obtenus par réaction d'un acide mono- ou di-alkylphosphorique de formule générale :



dans laquelle p est un nombre allant de 1 à 2 et R désigne un radical alkyle, linéaire ou ramifié, contenant de 1 à 18 atomes de carbone, avec un chlorure d'ammonium quaternaire de formule générale :



dans laquelle R' et R'', identiques ou différents, représentent chacun un atome d'hydrogène ou un radical alkyle ou hydroxyalkyle contenant 1 à 4 atomes de carbone, et une amine fluorée de formule générale :



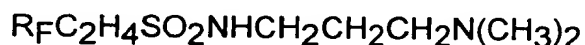
dans laquelle  $R_F$  représente un radical perfluoroalkyle linéaire contenant de 2 à 20 atomes de carbone, X représente un pont divalent, et les symboles  $R^1$  et  $R^2$ , identiques ou différents, représentent chacun un atome d'hydrogène ou un radical alkyle ou hydroxyalkyle contenant 1 à 4 atomes de carbone.

De tels agents tensioactifs cationiques et leur préparation sont décrits dans les brevets FR 2 522 007 et 2 691 473 dont le contenu est incorporé ici par référence. Comme dans les brevets précités, on préfère utiliser :

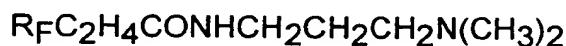
- les acides (II) dans lesquels R est un radical butyle, hexyle, 2-éthylhexyle, octyle ou tridécyle et, plus particulièrement, les mélanges d'acide monoalkylphosphorique et d'acide dialkylphosphorique dont la proportion pondérale des deux acides est comprise entre environ 60/40 et 40/60,

- les chlorures d'ammonium quaternaire (III) dans lesquels  $R'$  est un radical dodécyle ou octadécyle et  $R''$  est un radical méthyle, ou les produits commerciaux contenant majoritairement ces chlorures,

- les amines fluorées de formule :



ou



Comme dans les compositions de la technique antérieure, la teneur en agent(s) tensioactif(s) de la composition de démouillage selon l'invention peut varier dans de larges limites. Cette teneur est généralement faible (de 0,01 à 0,5 % en poids, de préférence 0,04 à 0,2 %) dans les compositions de démouillage prêtes à l'emploi, mais elle peut atteindre jusqu'à 30 % en poids dans des compositions concentrées qu'il suffit de diluer pour l'opération de démouillage.

Les surfaces solides desquelles l'eau peut être éliminée au moyen d'une composition selon l'invention peuvent être très diverses, pourvu cependant que leur substance (verre, métal, matière réfractaire, matière plastique,...) soit insoluble dans et inattaquable par le(s) solvant(s) fluoré(s) de la composition selon l'invention.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans la limiter. Les agents tensioactifs cationiques TA1 et TA2 ont été préparés à partir des produits commerciaux suivants :

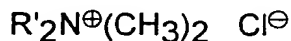
- acide butylphosphorique  $(C_4 H_9 O)_{1,5} (OH)_{0,5} PO_2 H$  présentant les indices d'acidité suivants :

acidité forte : 0,566 équivalent pour 100 g

acidité faible : 0,276 équivalent pour 100 g

ce qui correspond à un mélange contenant environ 40 % d'acide monobutylphosphorique et 60 % d'acide dibutylphosphorique.

- Noramium M2C : mélange de différents homologues de formule :



dont la répartition des chaînes grasses (R') est la suivante :

C <sub>8</sub>	3 %
C <sub>10</sub>	6 %
C <sub>12</sub>	56 %
C <sub>14</sub>	18 %
C <sub>16</sub>	10 %
C <sub>18</sub> saturé	2 %
C <sub>18</sub> insaturé	5 %

Ce produit commercial est à 75 % de matière active et contient 0,161 équivalent chlorure pour 100 g.

#### Préparation de l'agent tensioactif TA1

Dans 150 g de HCFC 141b, on ajoute successivement et sous agitation 2,69 g d'acide butylphosphorique, 3,91 g (soit 7,6 méq.) de l'amine fluorée C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>2</sub>NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, 3 g d'une solution méthanolique à 10 % d'hydroxyde de sodium (soit 7,6 méq.NaOH) et 8,32 g de Noranium M2C. Cette dernière addition provoque la formation immédiate d'un précipité de chlorure de sodium qu'on élimine par filtration (poids de NaCl recueilli : 0,4 g).

Après élimination du précipité de chlorure de sodium, le filtrat est ensuite évaporé à sec à 110°C en étuve. On obtient ainsi 14,8 g d'agent tensioactif TA1.

#### Préparation de l'agent tensioactif TA2

On opère comme précédemment mais en remplaçant les 150 g de HCFC 141b par 300 g de TDFO et en supprimant l'étape finale d'évaporation à sec. On obtient ainsi une solution à environ 5 % d'agent tensioactif TA2 dans le TDFO.

#### EXEMPLE 1

On prépare une solution de démouillage en dissolvant 100 mg d'agent tensioactif TA1 dans un mélange de 95 g de HFC 365 mfc et 5 g de TDFO, puis on introduit cette solution dans un bécher placé dans une petite cuve à ultrasons BRANSON 2200.

Une grille en inox de 20 x 50 mm, préalablement mouillée par immersion dans l'eau, est ensuite plongée dans la solution de dé mouillage et maintenue sous agitation ultrasonique pendant une minute.

Après avoir été retirée de la solution de dé mouillage, la grille est immergée dans l'alcool absolu et le dosage d'eau par la méthode de Karl Fisher indique que 94 % de l'eau a été éliminée.

On obtient le même résultat si on remplace l'alcool fluoré TDFO par la même quantité d'un mélange industriel d'alcools de formule  $R_f-CH_2CH_2-OH$ , la distribution des radicaux  $R_f$  étant centrée sur  $C_6$ .

Si on remplace l'alcool fluoré TDFO par la même quantité de n-pentanol ou de n-hexanol, le taux d'élimination de l'eau n'est que de 60 % et 72 % respectivement.

### EXEMPLE 2

On prépare une solution de dé mouillage en mélangeant 1 g de la solution à 5 % d'agent tensioactif TA2 et 99 g de HFC 365 mfc. On obtient ainsi une solution de dé mouillage à 500 ppm d'agent tensioactif TA2 que l'on utilise comme à l'exemple 1. Le taux d'élimination de l'eau est 95 %.

On obtient sensiblement le même résultat en utilisant une solution de dé mouillage à 0,1 % d'agent tensioactif TA2 dans un mélange de 99 g de HFC 365 mfc et 1 g de TDFO.

### EXEMPLES 3 à 11

On opère comme à l'exemple 2, mais en remplaçant le solvant HFC 365 mfc par d'autres solvants fluorés. Les conditions opératoires et les résultats sont rassemblés dans le tableau suivant.

Exemple	Solvant	(%)	% de TDFO	TA2 (ppm)	Eau éliminée (%)
3	347 mcf	98	2	500	93
4	$C_4F_9CH=CH_2$	95	5	1000	92
5	$C_4F_9CH=CH_2$	99	1	500	95
6	$C_4F_9CH_2CH_3$	99	1	500	91
7	$C_4F_9CH_2CH_3$	98	2	500	92
8	$C_6F_{13}H$	98	2	500	91
9	PF 5060	99	1	500	92
10	PF 5052	99	1	500	94
11	43-10 mee	98	2	500	94

### EXEMPLE 12

On opère comme à l'exemple 1, mais en remplaçant l'alcool fluoré TDFO par le pentafluoropropanol ( $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ , ci-après PFP) et en utilisant une solution de démouillage obtenue en dissolvant 100 mg d'agent tensioactif TA1 dans un mélange de 80 g de HFC 365 mfc et 20 g de PFP. Le taux d'élimination de l'eau est 95 %.

### EXEMPLE 13

On opère comme à l'exemple 1, mais en utilisant une solution de démouillage obtenue en dissolvant dans un mélange de 90 g de HFC 365 mfc et 10 g de TDFO 100 mg de N,N'-dioléoyl-N-oléyl-propylènediamine (ci-après tensioactif TA3). Le taux d'élimination de l'eau est 91 %.

Si on remplace le TDFO par la même quantité (10 g) de PFP, le taux d'élimination de l'eau est de 93 %.

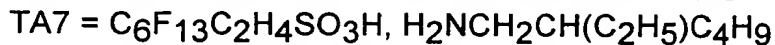
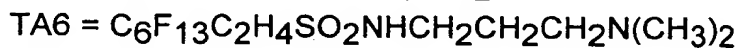
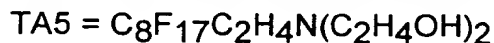
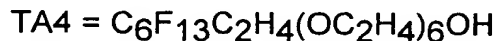
### EXEMPLE 14

On opère comme à l'exemple 1, mais en utilisant une solution de démouillage obtenue en dissolvant dans un mélange de 99 g de HFC 365 mfc et 1 g de TDFO 100 mg de l'adduit de 6 moles d'oxyde d'éthylène sur une mole de TDFO. Le taux d'élimination de l'eau est de 90 %.

Si on remplace le mélange de 365 mfc et de TDFO par un mélange de 90 g de 365 mfc et 10 g de PFP, le taux d'élimination de l'eau est également de 90 %.

### EXEMPLES 15 à 18

On opère comme à l'exemple 1, mais en remplaçant l'alcool fluoré TDFO par le PFP et en utilisant une solution de démouillage obtenue en dissolvant dans un mélange de 80 g de HFC 365 mfc et 20 g d'alcool fluoré PFP 100 mg de l'un des agents tensioactifs suivants :



Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant.

Exemple	Agent tensioactif	Eau éliminée (%)
15	TA4	93
16	TA5	93
17	TA6	93
18	TA7	95

### **EXEMPLE 19**

Dans les bacs de démouillage et de décantation d'une machine de séchage de 33 litres de capacité, on charge 22 litres de la solution de démouillage de l'exemple 2 et 11 litres de HFC 365 mfc pur dans la cuve de rinçage.

5 Une grille inox humide, provenant d'un traitement préalable de lessivage et rinçage en milieu aqueux, est plongée dans le bac de démouillage pendant 3 minutes, puis rincée pendant 3 minutes dans le HFC 365 mfc pur à l'ébullition.

L'évaluation de la performance de séchage a été effectuée de la façon suivante :

10 La grille est ensuite immergée dans 100 g d'éthanol absolu dont la teneur en eau a préalablement été déterminée par la méthode Karl-Fisher. Un nouveau dosage effectué après immersion de la grille ne révèle aucune augmentation de la teneur en eau, ce qui signifie que la composition selon l'invention permet d'obtenir une élimination quasi complète de l'eau.



## REVENDICATIONS

1. Composition de démouillage, caractérisée en ce qu'elle consiste en une solution d'au moins un agent tensioactif dans un mélange d'au moins un solvant fluoré et d'au moins un alcool polyfluoré de formule :



dans laquelle n est égal à 1 ou 2 et  $R_f$  représente un radical perfluoroalkyle linéaire contenant de 2 à 8 atomes de carbone.

2. Composition selon la revendication 1 contenant au moins un alcool de formule (I) dans laquelle n est égal à 2 et le radical  $R_f$  contient de 4 à 8 atomes de carbone.

3. Composition selon la revendication 1 dans laquelle l'alcool de formule (I) est le tridécafluorooctanol ( $C_6F_{13}CH_2CH_2OH$ ).

4. Composition selon l'une des revendications 1 à 3 dans laquelle le solvant fluoré a un point d'ébullition normal compris entre 20 et 100°C, de préférence entre 30 et 75°C.

5. Composition selon la revendication 4 dans laquelle le solvant fluoré est un hydrocarbure fluoré, saturé ou insaturé, contenant de 3 à 6 atomes de carbone.

6. Composition selon la revendication 4 ou 5 dans laquelle l'hydrocarbure fluoré est choisi parmi le 1,1,1,3,3-pentafluorobutane, le 1,1,1,2,2,4,4-heptafluorobutane, le 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-décafluoropentane, le 1,1,1,2,2,3,3,4,4-nonafluorohexane, le 1H-perfluorohexane, le n-perfluorohexane, le (perfluorobutyl)-éthylène, et la perfluoro-(méthylmorpholine).

7. Composition selon l'une des revendications 1 à 6 dans laquelle l'agent tensioactif est un agent tensioactif cationique obtenu par réaction d'un acide mono- ou di-alkylphosphorique de formule générale :



dans laquelle p est un nombre allant de 1 à 2 et R désigne un radical alkyle, linéaire ou ramifié, contenant de 1 à 18 atomes de carbone, avec un chlorure d'ammonium quaternaire de formule :



dans laquelle R' et R'', identiques ou différents, représentent chacun un atome d'hydrogène ou un radical alkyle ou hydroxyalkyle contenant 1 à 4 atomes de carbone, et une amine fluorée de formule générale :



dans laquelle  $R_F$  représente un radical perfluoroalkyle linéaire contenant de 2 à 20 atomes de carbone, X représente un pont divalent, et les symboles  $R^1$  et  $R^2$ , identiques ou différents, représentent chacun un atome d'hydrogène ou un radical alkyle ou hydroxyalkyle contenant 1 à 4 atomes de carbone.

**8.** Composition selon la revendication 7 dans laquelle R est un radical butyle, hexyle, 2-éthylhexyle, octyle ou tridécyle, R' est un radical dodécyle ou octadécyle, R'' est un radical méthyle, X est un pont  $-CH_2CH_2SO_2NHCH_2CH_2CH_2-$  ou  $C_2H_4CONHCH_2CH_2CH_2-$  et  $R^1$  et  $R^2$  sont des radicaux méthyle.

**9.** Composition selon l'une des revendications 1 à 8 dans laquelle la teneur en alcool(s) polyfluoré(s) est comprise entre 0,1 et 30 % en poids, de préférence entre 0,5 et 5 %.

**10.** Composition selon l'une des revendications 1 à 9 dans laquelle la teneur en agent(s) tensio-actif(s) est comprise entre 0,01 et 0,5 % en poids, de préférence entre 0,4 et 0,2 %.

**11.** Composition selon l'une des revendications 1 à 9 sous forme de concentré contenant jusqu'à 30 % en poids d'agent(s) tensio-actif(s).

**12.** Utilisation d'une composition selon l'une des revendications 1 à 10 pour le démouillage de surfaces solides.

## REVENDEICATIONS

1. Composition de dé mouillage, caractérisée en ce qu'elle consiste en une solution d'au moins un agent tensioactif dans un mélange d'au moins un solvant fluoré et d'au moins un alcool polyfluoré de formule :



dans laquelle n est égal à 1 ou 2 et  $R_f$  représente un radical perfluoroalkyle linéaire contenant de 4 à 8 atomes de carbone.

2. Composition selon la revendication 1 contenant au moins un alcool de formule (I) dans laquelle n est égal à 2.

3. Composition selon la revendication 1 dans laquelle l'alcool de formule (I) est le tridécafluorooctanol ( $C_8F_{13}CH_2CH_2OH$ ).

4. Composition selon l'une des revendications 1 à 3 dans laquelle le solvant fluoré a un point d'ébullition normal compris entre 20 et 100°C, de préférence entre 30 et 75°C.

5. Composition selon la revendication 4 dans laquelle le solvant fluoré est un hydrocarbure fluoré, saturé ou insaturé, contenant de 3 à 6 atomes de carbone.

6. Composition selon la revendication 4 ou 5 dans laquelle l'hydrocarbure fluoré est choisi parmi le 1,1,1,3,3-pentafluorobutane, le 1,1,1,2,2,4,4-heptafluorobutane, le 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-décafluoropentane, le 1,1,1,2,2,3,3,4,4-nonafluorohexane, le 1H-perfluorohexane, le n-perfluorohexane, le (perfluorobutyl)-éthylène, et la perfluoro-(méthylmorpholine).

7. Composition selon l'une des revendications 1 à 6 dans laquelle l'agent tensioactif est un agent tensioactif cationique obtenu par réaction d'un acide mono- ou di-alkylphosphorique de formule générale :



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**